

(51) Int.Cl.<sup>6</sup> C01G 35/00  
(11) Laid-open Publication No.: 10-2001-0049968  
(43) Laid-open Date: June 15, 2001  
(21) Application No.: 10-2000-0044786  
(22) Application Date: August 2, 2000  
(30) Priority Claim: KR 10-1999-34236 (August 18, 1999)  
(71) Applicant: JUNG, Sung Man; and PARK, Hyeong Ho  
(72) Inventor: JUNG, Sung Man; and PARK, Hyeong Ho  
(74) Agent: KIM, Shin Gon  
(54) Title: EQUIPMENT AND METHOD FOR MANUFACTURING TANTALUM  
THROUGH SUCCESSIVE PROCESS

#### ABSTRACT

The present invention relates to equipment and method for manufacturing tantalum by successively repeating a series of processes.

The present invention is directed to an equipment for manufacturing tantalum through successive processes comprising a vacuum means for preventing tantalum from being oxidized by oxygen; a heating means for heating reaction container containing a reducing agent and a reaction salt at a proper temperature so that electrons are generated by the reducing reaction between the reducing agent and the reaction salt; and an electron transmitting means for successively transmitting electrons generated by the reducing reaction to a raw material charging container mounted into the vacuum container.

The present invention is directed to a method for manufacturing tantalum through successive processes comprising the steps of; calcining a reducing agent and a reaction salt at a proper temperature for a predetermined time by applying appropriate vacuum pressure after discharging oxygen from a reaction container; generating electrons by dissolving the reducing agent and the reaction salt heat-treated in the step of calcining; and forming tantalum by reacting a raw material with the electrons generated on the step of generating electrons.

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. 6  
C01G 35/00

(11) 공개번호 특2001-0049968  
(43) 공개일자 2001년06월15일

(21) 출원번호 10-2000-0044786  
(22) 출원일자 2000년08월02일

(30) 우선권주장 1019990034236 1999년08월18일 대한민국(KR)  
(71) 출원인 정성만  
전남 순천시 연향동 현대아파트2차 201동 1401호  
박형호  
전라남도 순천시 석현동 869번지 함림 현대아파트 103동 1401호  
(72) 발명자 정성만  
전남 순천시 연향동 현대아파트2차 201동 1401호  
박형호  
전북 전주시 완산구 중노 2가동 445-1번지  
(74) 대리인 김신곤

심사청구 : 있음

(54) 연속적인 공정에 의한 탄탈륨 제조장치 및 방법

요약

개시된 내용은 일련의 공정을 연속적으로 반복하여 탄탈륨을 제조하는 탄탈륨 제조장치 및 방법에 관한 것이다.

본 발명의 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치는 탄탈륨이 산소와 결합하여 산화되는 것을 방지하기 위한 진공수단; 환원과 반응음이 환원반응에 의해 전자를 발생하도록 환원제와 반응음이 담긴 반응용기를 적정온도로 가열하기 위한 발열수단; 및 상기 환원반응에 의해 발생된 전자를 상기 진공용기 내부에 장입된 상기 원료장입용기로 연속 이동시키기 위한 전자이동수단을 포함하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치로서 달성된다.

본 발명의 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법은 반응용기내의 산소를 배출하고, 환원제 및 반응음을 적정 진공압과 적정:도로 일정시간 열처리하는 하소단계; 상기 하소단계에 의해 열처리된 상기 환원제 및 반응음이 용해되어 전자를 발생하:전자발생단계; 및 상기 전자발생단계에서 발생된 전자와 원료물질이 반응하여 탄탈륨을 생성하는 탄탈륨생성단계를 포:하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법으로 달성된다.

대표도

도2

색인어

탄탈륨, 탄탈륨 제조장치, 탄탈륨제조방법

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 종래에 탄탈륨이 제조되는 장치 및 방법을 설명하기 위한 구성도  
도 2는 본 발명에 따른 탄탈륨 제조장치 및 방법을 설명하기 위한 구성도  
도 3은 본 발명에 따른 탄탈륨 제조방법을 설명하기 위한 블록도.

※ 도면의 주요 부분에 대한 설명

100:진공용기102:덮개

103:원료물질장입구104:잠금수단  
 106:가스취입구108:가스배출구  
 110:진공펌프112:전원스위치  
 114:진공밸브120:반응용기  
 130:원료물질장입용기140:절연체  
 150:1차냉각장치160:2차냉각장치  
 170:교반기200:챔버(chamber)  
 202:요흥210:챔버하우징  
 220:발열체230:온도조절장치  
 300:도체부재400:하소단계  
 410:환원제 및 반응염 투입단계420:1차진공열처리단계  
 430:산소배출단계500:전자발생단계  
 510:2차진공열처리단계600:탄탈륨생성단계  
 610:원료물질투입단계620:전하이동단계  
 630:탄탈륨생성단계640:1차냉각단계  
 650:2차냉각단계

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

#### 발명이 속하는 기술 및 그 분야 종래기술

본 발명은 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치 및 방법에 관한 것으로, 특히 진공용기 내부에 환원제와 반응염 및 원료물질을 연속적으로 공급, 회수할 수 있게 하고, 환원제와 반응염의 반응에 의해 생성된 전자들을 도체부재를 통하여 진공용기 내의 원료장입용기로 이동시킨 후 원료물질과 반응하게 하여 탄탈륨을 제조하는 일련의 공정을 연속적으로 반복하는 탄탈륨 제조장치 및 방법에 관한 것이다.

일반적으로, 탄탈륨의 이용분야는 분말을 소결체로하여 유전율 및 표면적용 극대화시켜 콘덴서에 사용하고, 탄화탄탈륨 이용하여 초경질삭공구 등에 사용하며, 산소나 질소 등의 친화력을 이용하여 진공관 등의 양극재로 사용하고, 내식성 인체에 무해함을 이용하여 복합용 바늘 등의 의료기기에 사용하며, 화학공업용, 광학용 등에 널리 사용되는 금속재료이다. 그러나 이와 같이 널리 사용되고 있는 탄탈륨은 그 제조공정에 있어서 제조시간이 많이 걸리고, 1회의 공정에 대해서 한 밖에 제조할 수 없기 때문에 작업효율이 떨어지고, 생산성이 저하되는 문제점이 있었다. 이에 대한 종래의 실시예를 도에서 도시하고 있다.

도 1은 종래의 탄탈륨 제조장치 및 방법을 설명하기 위한 구성도이다.

종래의 탄탈륨 제조는 원료물질과 환원제의 물리적 접촉에 의한 1회 단속적(batch) 금속열환원법의 일종인 훈터(Hunter)법을 이용하여 제조하였다.

이에 대한 대략적인 제조공정은 진공용기(7)내부에 구비된 반응용기(6)내에 원료물질로서 포텐슘탄탈로라이드( $K_2TaF_7$ )와, 환원제로서 나트륨(Na)과, 반응염으로서 염화나트륨(NaCl), 염화칼륨(KCl), 염화리튬(LiCl) 등을 장입하여 교반기(3)를 혼합한다. 그리고, 진공펌프(4)로 진공을 유지하면서 가스취입구(2)를 통해 가스를 유입시켜 진공용기(7)내부의 산소를 스페출구(5)로 배출시키고, 발열체(1)로 700 ~ 1000℃로 가열하여 수시간 동안 환원 공정을 실시한 후, 온도를 상온으로 냉각하여 반응용기(7) 속에 고착되어 있는 탄탈륨을 반응염이나 환원제로부터 용해 분리하여 회수하는 방법으로 제조한다.

그러나, 이와 같은 탄탈륨 제조공정은 반응용기 내에 원료물질과 환원제 및 반응염 등을 동시에 혼합 장입해야하고, 장입물들의 물리적인 접촉에 의한 환원반응에 의해 탄탈륨이 석출되는 1회식의 공정인 관계로 매회 장입시마다 반응용기와 용물들을 교환하여야만 하며, 반응에 필요한 온도 상승 및 냉각시 장시간이 소요되고, 석출 탄탈륨의 분리 회수시 미반응염이나 환원제의 손실이 많으며, 특히 석출 탄탈륨이 반응용기 내에 고착되므로 석출물의 회수가 용이하지 않는 등 생산 및 작업효율이 낮고 생산 단가가 높게 되는 문제점이 있었다.

### 발명이 이루고자하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 상기에서와 같은 종래의 결점들을 해소하기 위해서 안출한 것으로서, 진공용기 내부의 반응염에 환원제와 반응염 및 원료물질을 연속적으로 공급, 회수할 수 있게 하고, 환원제와 반응염의 반응에 의해 생성된 전자

이 도체부재를 통하여 진공용기내의 원료장입용기로 이동되어 원료물질과 반응함으로써 탄탈륨이 생성되는 일련의 공정을 연속적으로 반복하여 탄탈륨을 제조하고자 하는데 그 목적이 있다.

### 발명의 구성 및 작용

이와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 연속공정에 의한 탄탈륨제조장치는 탄탈륨이 산소와 결합하여 산화되는 것을 방지하기 위한 진공용기; 환원제와 반응열이 환원반응에 의해 전자를 발생하도록 환원제와 반응열이 담긴 반응용기를 적정온도로 가열하기 위한 발열수단; 및 상기 환원반응에 의해 발생된 전자를 상기 진공용기 내부에 장입된 상기 원료장입용기로 연속이동시키기 위한 전자기동수단을 포함하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치로서 달성된다.

이와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법은 반응용기내의 산소를 배출하고, 환원제 및 반응열을 적정 진공압과 적정온도로 일정시간 열처리하는 하소단계; 상기 하소단계에 의해 열처리된 상기 환원제 반응열이 용해되어 전자를 발생시키는 전자발생단계; 및 상기 전자발생단계에서 발생된 전자와 원료물질이 반응하여 탄탈륨이 생성되는 탄탈륨생성단계를 포함하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법으로 이루어진다.

이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부된 도면들에 의거하여 상세히 설명한다.

첨부도면 도 2는 본 발명에 따른 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치를 설명하기 위한 구성도이다.

상기 도면에 따른 본 발명의 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치는 탄탈륨이 산소와 결합하여 산화되는 것을 방지하기 위한 진공수단과, 환원제와 반응열이 환원반응에 의해 전자를 발생하도록 환원제와 반응열이 담긴 반응용기(120)를 적정온도로 가열하기 위한 발열수단과, 환원반응에 의해 발생된 전자를 진공용기(100) 내부에 장입된 원료장입용기(130)로 연속이동시키기 위한 전자기동수단으로 이루어진다.

진공수단은 진공용기(100)와, 진공용기(100) 내부에 진공압을 발생시키는 진공펌프(110)로 이루어진다. 이 진공용기(100)는 내부에 환원제와 반응열이 담긴 반응용기(120)를 구비하고, 아르곤가스 등의 불활성가스를 취입하여 산소를 배출하기 위한 불활성가스취입구(106)와 배출구(108)를 구비하며, 상부에 덮개(102)를 구비하고 있다. 이 덮개(102)는 진공력에 의해 개폐되는 것을 방지하기 위해 플랩형식의 잠금수단(104)을 구비하고, 평면상에 원료물질장입용기(130)를 입하기 위한 원료물질장입구(103)를 구비하고 있다. 또한, 원료물질장입구(103)에는 진공용기(100) 내부의 진공압을 유지하기 위한 진공밸브(114)를 구비하고 있고, 반응용기(120)의 환원제와 반응열의 반응에 의한 전자가 외부로 빠져나가는 것을 방지하기 위해 반응용기(120)와 진공용기(100)사이에 절연체(140)를 구비하고 있다.

한편, 발열수단은 챔버(chamber)하우징(200)과, 열선의 저항을 이용하여 열을 발생시키는 발열체(220)와, 발열체(220)에 의해 발생되는 온도를 조절하는 온도조절장치(230)로 이루어져 있다. 챔버(chamber)하우징(200)의 상부에는 진공용기(100)가 삽입되는 요홈(202)을 구비하고, 이 요홈(202)의 벽부에는 열선의 저항을 이용하여 열을 발생시키는 발열체(220)를 구비하며, 이 발열체(220)에 의해 발생된 온도를 조절하기 위해 챔버(chamber)하우징(200)의 측벽면에 온도조절장치(230)를 구비하고 있다. 이 온도조절장치의 하부에는 전원스위치(112)가 구비되어 있다.

또한, 전자기동수단은 환원반응에 의해 발생된 전자를 연속이동시키기 위해 원료장입용기(130)와 반응용기(120)가 연결된 도체부재(300)로 달성된다.

또한, 제조된 탄탈륨의 냉각을 위해 진공용기(100)의 외주면에 1차냉각장치(150)를 구비하고, 진공용기(100)에서 꺼낸 탄탈륨을 냉각하기 위해 덮개(102) 상부에 2차냉각장치(160)를 구비하고 있다.

첨부도면 도 3은 본 발명에 따른 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법을 설명하기 위한 플럭도이다.

상기 도면에 따른 본 발명의 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법은 반응용기내의 산소를 배출하고, 환원제 및 반응열을 적정 진공압과 적정온도로 일정시간 열처리하는 하소단계(400)와, 이 하소단계(400)에 의해 열처리된 상기 환원제 및 반응열을 용해되어 전자를 발생시키는 전자발생단계(500)와, 전자발생단계에서 발생된 전자와 원료물질이 반응하여 탄탈륨이 생성되는 탄탈륨생성단계(600)로 이루어진다.

하소단계(400)는 환원제 및 반응열이 반응용기(120) 내부로 투입되는 환원제 및 반응열투입단계(410)와, 환원제 및 반응열을 진공과 동시에 가열하는 1차진공열처리단계(420)와, 투입된 환원제 및 반응열이 산화되지 않도록 진공용기(100) 내부에 공기보다 무거운 불활성가스를 연속적으로 투입하여 산소를 배출시키는 산소배출단계(430)로 이루어진다.

전자발생단계(500)는 환원제 및 반응열을 가열시켜 환원반응에 의해 전자가 발생되도록 하는 2차진공열처리단계(510)로 달성된다.

탄탈륨생성단계(600)는 원료물질투입단계(610)와, 2차진공열처리단계(510)에서 발생된 전자가 도체부재(300)를 통해 원료물질장입용기(130)로 이동하는 전자기동단계(620)와, 이동된 전자와 원료물질이 반응하여 탄탈륨이 생성되는 탄탈륨생성단계(630)로 이루어진다. 또한 생성된 탄탈륨의 냉각을 위해 1차 냉각단계(640)와, 2차 냉각단계(650)를 더 구비하고 있다.

도 2와 도 3을 참조하여 본 발명의 실시예에 대하여 상세히 설명한다.

상온에서 반응용기(120)내에 환원제로서 나트륨과 반응염들로서 염화나트륨, 염화칼륨, 염화리튬 등을 교반기(170)로 합하여 장입한 후 진공펌프(110)를 이용하여  $10^{-3}$  토르(torr)정도의 진공을 형성한 후 온도를  $200\sim 300^{\circ}\text{C}$ 로 상승시키고 아르곤 가스를 760토르까지 취입하여 반응용기(120)내의 산소를 배출하는 과정을 반복하면서, 아르곤가스를 계속하여 러보내고, 반응온도를  $700\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 로 상승시켜 반응용기(120) 내에 있는 환원제와 반응염들을 완전히 용해시키면 반응기내에서는 다음과 같은 반응식이 일어난다.

$R \rightarrow R^{+} + e^{-}$  여기서, R은 환원제를 나타낸다. 따라서, 나트륨 환원제는 식 ①에서와 같이 이온화되면서 전자를 발생한다.

$\text{Na} \rightarrow \text{Na}^{+} + e^{-}$  ①칼륨의 경우는 식 ②에서와 같이 이온화되면서 전자를 발생한다.

$\text{K} \rightarrow \text{K}^{+} + e^{-}$  ②칼슘의 경우는 식 ③에서와 같이 이온화되면서 전자를 발생한다.

$\text{Ca} \rightarrow \text{Ca}^{2+} + 2e^{-}$  ③마그네슘의 경우는 식 ④에서와 같이 이온화되면서 전자를 발생한다.

$\text{Mg} \rightarrow \text{Mg}^{2+} + 2e^{-}$  ④이때 원료물질장입구(103)를 통해 원료물질인 포테슘탄탈플로라이드를 장입한 원료장입용기(130) 양호한 도체부재(300)에 매달아 용융 반응용기(120) 내로 침적시키면 식 ①, ②, ③, ④에 의해 생성된 전자들이 반응용기(120)로부터 반응용기(120)와 원료물질장입용기(130)사이에 연결된 외부회로인 도체부재(300)를 경유하여 원료물질장입용기(130)에 이르게 되며 원료물질장입용기(130)내에 식 ⑤에 의해 생성된 탄탈륨 이온들과 반응하여 식 ⑥에서 보여주는 탄탈륨으로 환원하게 된다.

$\text{K}_2\text{TaF}_7 \rightarrow 2\text{K}^{+} + \text{Ta}^{5+} + 7\text{F}^{-}$  ⑤  $\text{Ta}^{5+} + 5e^{-} \rightarrow \text{Ta}$  ⑥ 따라서, 원료물질장입용기(130)내에 전체 반응식은 식 ⑦로 표현된다.

$\text{K}_2\text{TaF}_7 + 5\text{Na} \rightarrow \text{Ta} + 2\text{KF} + 5\text{NaF}$  ⑦한편, 소정의 공정이 종료된 후 원료장입용기(130)내에 석출된 탄탈륨의 회수는 원료장입용기(130)를 1차냉각장치(150)로  $200\sim 300^{\circ}\text{C}$ 까지 냉각시킨 후 원료장입구(103)를 통해 고집어내어 2차냉각장치(160)로 상온상태까지 충분히 냉각시켜 탄탈륨을 회수한다.

따라서, 본 발명은 전자를 이동시켜 탄탈륨을 생성함으로써 연속공정이 가능하고, 원료물질과 순도 및 종류의 선택의 폭 넓어지고, 환원제의 선택의 폭이 확대되며, 반응염들을 계속 사용할 수 있다. 또한, 생산공정을 단순함으로써 작업효율을 높여 생산성을 증대할 수 있다.

#### 발명의 효과

이상 서술한 바와 같이, 본 발명의 연속공정에 의한 탄탈륨제조장치 및 방법은 종래 반응물질들의 직접적인 물리적 접촉 의한 탄탈륨 제조방법을 연속적으로 전자를 이동하게 함으로써 연속적인 탄탈륨의 제조가 가능하고, 원료물질과 환원제 선택의 폭을 확대할 뿐만 아니라, 작업효율을 높여, 생산성이 향상되는 장점이 있다.

#### (57)청구의 범위

##### 청구항1

환원제와 반응염이 담긴 반응용기를 구비하고, 원료물질이 담긴 원료물질장입용기를 구비하며, 상기 반응용기에 상기 원료물질장입용기를 투입하여 탄탈륨을 제조하는 장치에 있어서,

상기 탄탈륨이 산소와 결합하여 산화되는 것을 방지하기 위한 진공수단;

상기 환원제와 반응염이 환원반응에 의해 전자를 발생하도록 적정온도로 가열시키기 위한 발열수단; 및

상기 환원반응에 의해 발생된 전자를 상기 진공용기 내부에 장입된 상기 원료장입용기로 연속이동시키기 위한 전자기동 수단을 포함하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치.

##### 청구항2

제1항에 있어서, 상기 진공수단은 상기 환원제와 반응염이 담긴 상기 반응용기를 구비하고, 진공압 조절이 되는 진공펌프를 구비한 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치.

##### 청구항3

제1항에 있어서, 상기 전자기동수단은 전자의 이동을 방해하지 않는 도체부재인 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치.

##### 청구항4

제3항에 있어서, 상기 도체부재는 상기 반응용기와 원료물질입구가 연결된 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 조장치.

#### 청구항5

제1항 또는 제4항에 있어서, 반응이 완료된 탄탈륨을 냉각하기 위해 냉각장치를 더 구비한 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치.

#### 청구항6

제5항에 있어서, 상기 진공용기는 상기 환원제와 반응열 및 원료물질을 장입 및 회수하기 위해 원료물질장입구를 구비하고, 상기 원료물질장입구에 진공을 유지하기 위한 진공밸브가 구비된 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 조장치.

#### 청구항7

제6항에 있어서, 상기 진공용기 내부에 유입된 산소를 외부로 배출시키기 위해 상기 진공용기에 불활성 가스취입구와, 불활성가스배출구가 구비된 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조장치.

#### 청구항8

탄탈륨 제조방법에 있어서,

반응용기내의 산소를 배출하고, 환원제 및 반응열을 적정 진공압과 적정온도로 일정시간 열처리하는 하소단계;

상기 하소단계에 의해 열처리된 상기 환원제 및 반응열이 용해되어 전자를 발생하는 전자발생단계; 및

상기 전자발생단계에서 발생된 전자와 원료물질이 반응하여 탄탈륨이 생성되는 탄탈륨생성단계를 포함하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항9

제8항에 있어서, 상기 하소단계는 상기 환원제 및 반응열을 상기 반응용기 내부로 투입시키는 환원제 및 반응열투입단계와, 투입된 상기 환원제 및 반응열을 가열하는 1차진공열처리단계와, 상기 환원제 및 반응열이 산화되지 않도록 상기 진공기 내부의 산소를 배출시키는 산소배출단계로 이루어진 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항10

제9항에 있어서, 상기 산소배출단계는 공기보다 무거운 불활성가스를 상기 진공용기 내부로 연속적으로 유입시켜 산소를 배출하는 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항11

제8항에 있어서, 상기 전자발생단계는 상기 산소배출단계 이후에 상기 환원제 및 반응열을 진공과 동시에 가열하여 전자 발생시키는 2차진공열처리단계인 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항12

제8항에 있어서, 상기 탄탈륨생성단계는 원료물질투입단계와, 상기 2차진공열처리단계에서 발생된 전자가 이동하는 전이동단계와, 이동된 전자와 원료물질의 반응에 의해 탄탈륨이 생성되는 탄탈륨생성단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항13

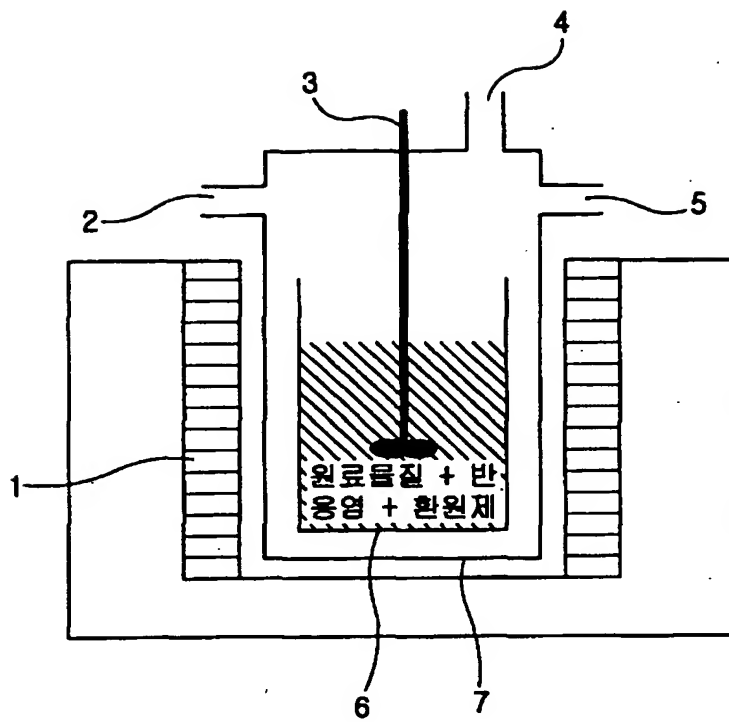
제12항에 있어서, 상기 탄탈륨생성단계에서 생성된 탄탈륨의 냉각을 위해 냉각단계를 더 구비하는 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

#### 청구항14

제8항 내지 제13항중 어느 한 항에 있어서, 상기 전자발생단계에서 생성된 전자는 도체부재를 거쳐 원료물질장입용기로 이동되어 원료물질과 반응함으로써 탄탈륨이 생성되는 것을 특징으로 하는 연속공정에 의한 탄탈륨 제조방법.

도면

도면1



도면2

